BEST AVAILABLE COPY

VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

REC'D 0 2 SEP 2005

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER BERICHTÄÜBER DER PATENTIERBARKEIT

(Kapitel II des Vertrags über die internationale Zusammenarbeit auf dem Gebiet des Patentwesens)

| Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts 0000054461 WEITERES VORGEHEN siehe Formblatt PCT/IPEA/416 | | |
|--|--|--|
| The state of the s | | |
| Internationales Aktenzeichen Internationales Anmeldedatum (TagMonatWahr) PCT/EP2004/003848 Internationales Anmeldedatum (TagMonatWahr) 15.04.2003 | | |
| Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK C08F6/00 | | |
| Anmelder BASF AKTIENGESELLSCHAFT et al | | |
| Bei diesem Bericht handelt es sich um den internationalen vorläufigen Pr üfungsbericht, der von der mit der Internationalen vorläufigen Pr üfung beauftragten Beh örde nach Artikel 35 erstellt wurde und dem Anmelder gem äß Artikel 36 übermittelt wird. | | |
| 2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 5 Blätter einschließlich dieses Deckblatts. | | |
| 3. Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; diese umfassen | | |
| a. 🛛 (an den Anmelder und das Internationale Būro gesandt) insgesamt 4 Blätter; dabei handelt es sich um | | |
| Blätter mit der Beschreibung, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Berich zugrunde liegen, und/oder Blätter mit Berichtigungen, denen die Behörde zugestimmt hat (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsvorschriften). | | |
| Blätter, die frühere Blätter ersetzen, die aber aus den in Feld Nr. 1, Punkt 4 und im Zusatzfeld angegebene Gründen nach Auffassung der Behörde eine Änderung enthalten, die über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung in der ursprünglich eingerelchten Fassung hinausgeht. | | |
| b. (nur an das Internationale Būro gesandt)i> insgesamt (bitte Art und Anzahl der/des elektronischen Datenträger(s) angeben), der/die ein Sequenzprotokoll und/oder die dazugehörigen Tabellen enthält/enthalter nur In computerlesbarer Form, wie im Zusatzfeld betreffend das Sequenzprotokoll angegeben (siehe Abschnitt 802 der Verwaltungsvorschriften). | | |
| 4. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten: | | |
| ☐ Feld Nr. I Grundlage des Bescheids | | |
| ☐ Feld Nr. II Priorität | | |
| Feld Nr. III Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuhelt, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit | | |
| ☐ Feid Nr. IV MangeInde Einheitlichkeit der Erfindung | | |
| ☑ Feid Nr. V Begründete Feststellung nach Arikel 35(2) hinslchtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkelt und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung | | |
| Feld Nr. VI Bestimmte angeführte Unterlagen | | |
| ☐ Feld Nr. VII Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung | | |
| Feld Nr. VIII Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung | | |
| Datum der Einreichung des Antrags Datum der Fertigstellung dieses Berichts | | |
| 01.12.2004 21.07.2005 | | |
| | | |
| Name und Postanschrift der mit der Internationalen Prüfung beauftragten Behörde Bevollmächtigter Bediensteter | | |
| | | |

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER BERICHT ÜBER DIE PATENTIERBARKEIT

Internationales Aktenzeichen PCT/EP2004/003848

| | eld Nr. I Grundlage des Berichts |
|----|--|
| 1. | linsichtlich der Sprache beruht der Bericht auf der internationalen Anmeldung in der Sprache, in der sie ingereicht wurde, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist. |
| | Der Bericht beruht auf einer Übersetzung aus der Originalsprache in die folgende Sprache, bei der es sich um die Sprache der Übersetzung handelt, die für folgenden Zweck eingereicht worden ist: |
| | □ internationale Recherche (nach Regeln 12.3 und 23.1 b)) □ Veröffentlichung der internationalen Anmeldung (nach Regel 12.4) □ internationale vorläufige Prüfung (nach Regeln 55.2 und/oder 55.3) |
| 2. | linsichtlich der Bestandteile* der internationalen Anmeldung beruht der Bericht auf (<i>Ersatzblätter, die dem</i> Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigefügt): |
| | eschreibung, Seiten |
| | -10 in der ursprünglich eingereichten Fassung |
| | , 1a eingegangen am 16.03.2005 mit Schreiben vom 15.03.2005 |
| | |
| | Ansprüche, Nr. |
| | eingegangen am 27.11.2004 mit Schreiben vom 26.11.2004 |
| | einem Sequenzprotokoll und/oder etwaigen dazugehörigen Tabellen - siehe Zusatzfeld betreffend das Gequenzprotokoll |
| 3. | Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen: |
| | ☐ Beschreibung: Seite |
| | □ Ansprüche: Nr. 9,10 □ Zeichnungen: Blatt/Abb. |
| | ☐ Sequenzprotokoll <i>(genaue Angaben)</i> : |
| | ☐ etwaige zum Sequenzprotokoll gehörende Tabellen (genaue Angaben): |
| 4. | Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der diesem Bericht beigefügten und nachstehend aufgelisteten Änderungen erstellt worden, da diese aus den im Zusatzfeld angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen Regel 70.2 c)). |
| | □ Beschreibung: Seite □ Ansprüche: Nr. □ Zeichnungen: Blatt/Abb. □ Sequenzprotokoll (genaue Angaben): □ etwaige zum Sequenzprotokoll gehörende Tabellen (genaue Angaben): |
| | * Wenn Punkt 4 zutrifft, können einige oder alle dieser Blätter mit der Bemerkung "ersetzt" versehen werden. |

Feld Nr. V Begründete Feststellung nach Artikel 35 (2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

Feststellung
 Neuheit (N)

 \tilde{D} ,

Ja: Ansprūche 1-8

Nein: Ansprüche

Erfinderische Tätigkeit (IS)

Ja: Ansprüche 1-8

Gewerbliche Anwendbarkeit (IA)

Nein: Ansprüche Ja: Ansprüche: 1-8

Nein: Ansprüche:

2. Unterlagen und Erklärungen (Regel 70.7):

siehe Beiblatt

Re Item I

Grundlage des Berichts

1. Änderungen - Regel 70(2)(a) PCT
Die von der Anmelderin durchgeführten Änderungen in der Beschreibung
(Anpassung der Beschreibung und Würdigung des Dokuments D3) und in Anspruch
1 (Spezifizierung des Methylketons) gehen nicht über den Offenbarungsgehalt der
ursprünglich eingereichten Internationalen Anmeldung hinaus.

Re Item V

Begründete Stellungnahme gemäß Regel 70 PCT mit Bezug auf Neuheit, erfinderische Tätigkeit oder gewerbliche Anwendbarkeit; Zitate und Ausführungen zur Stütze dieser Stellungnahme.

- Das folgende Dokument wird zitiert:
 D3: DE 38 34 734 A (BASF AG) 19. April 1990 (1990-04-19)
- 3. Neuheit
 - Neuheit der geänderten Ansprüche 1-8 ist im Sinne von Artikel 33(2) PCT gegenüber dem nächsten Stand der Technik D3 gegeben. D3 beschreibt zwar Verfahren zur Reduzierung der Restmonomerenmenge in wäßrigen Polymerdispersionen durch Nachbehandlung mit Initiatorensystemen, die neben Eisen- und Vanadiumsalzen noch ein Redoxsystem bestehend aus einem Oxidations- und einem Reduktionsmittel enthalten (D3: S 2/Z 60 S 3/Z 10). Aceton und Salze der Peroxidischwefelsäure finden sich lediglich in einer Liste für optionale Oxidations- und Reduktionsmittel, die zusätzlich zu obigen Oxidations- und Reduktionsmitteln eingesetzt werden können und somit nicht zwingend vorhanden sein müssen. Demnach wären mehrere Auswahlen nötig ((1.) Zugabe eines zusätzlichen Oxidationsmittels; (2.) Auswahl anorganischer Persulfatsalze als zusätzliches Oxidationsmittel aus einer Liste von 3 möglichen zusätzlichen Oxidationsmitteln; (3.) Zugabe eines zusätzlichen Reduktionsmittels; (4.) Auswahl von Aceton als zusätzliches Reduktionsmittel aus einer umfangreichen Liste zusätzlicher Reduktionsmittel) nötig (D3: S 3/Z 14-22), um die Neuheit erfolgreich angreifen zu

können. Als Folge davon ist D3 für den Gegenstand der Ansprüche 1-8 nicht neuheitsschädlich.

4. Erfinderische Tätigkeit

Der nächste Stand der Technik ist D3. Das zu lösende Problem ist die Bereitstellung eines kostengünstigen und wirksamen Nachbehandlungsverfahrens zur Absenkung des Restmonomerengehaltes in wäßrigen Polymermischungen. Die Anmelderin löst dieses Problem mit Hilfe eines Initiatorsystems das Persulfat, Methylketon und optional Metallionen (mit der Fähigkeit in mehreren Wertigkeitsstufen aufzutreten) enthält.

Eine derartige Problemlösung wird weder in D3 allein noch in beliebigen Kombinationen mit D1 und/oder D2 beschrieben.

Die Lehre des Dokumentes D3 führt, in eine andere Richtung: Ausgehend von D3 würde man gemäß obiger Aufgabenstellung (Kostenfaktor) auf den Einsatz eines zusätzlichen Redoxsystems verzichten. Somit wäre der Einsatz von Methylketonen und Salzen der Peroxidischwefelsäure in D3 nicht nahegelegt.

Der Gegenstand der Ansprüche 1-8 beruht somit auf erfinderischer Tätigkeit.

- 5. Gewerbliche Anwendbarkeit Die gewerbliche Anwendbarkeit der Erfindung gemäß Artikel 33(4) PCT ist im Bereich der Polymernachbehandlung gegeben.
- 6. Die vorliegende Anmeldung erfüllt die Erfordernisse des Artikels 33(1) PCT, im Hinblick auf Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit.



Verfahren zur Reduzierung der Restmonomerenmenge in wässrigen Polymerdispersionen

Beschreibung

5

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Reduzierung der Restmonomerenmenge in wässrigen Polymerdispersionen durch chemische Nachbehandlung mit einem speziellen Katalysatorsystem.

Wässrige Polymerdispersionen enthalten nach ihrer Herstellung durch radikalisch initiierte Polymerisation oder Copolymerisation von ethylenisch ungesättigten Monomeren 10 neben einem Polymer-Feststoffanteil von 30 bis 75 Gew.-% aufgrund der unvollständigen Polymerisation der eingesetzten ethylenisch ungesättigten Monomeren in der radikalischen Hauptpolymerisation, die meist bis zu einem Monomerenumsatz von 95 und bevorzugt von 98 bis 99 Gew.-% geführt wird, noch einen unerwünschten Anteil an nichtpolymerisierten freien ethylenisch ungesättigten Monomeren ("Restmonomere"). 15 Aus meist toxikologischen Gründen fordert der Markt wässrige Polymersysteme mit einem niedrigen Gehalt an Restmonomeren bei gleichbleibenden Verarbeitungs- und Anwendungseigenschaften.

20

30

35

40

Neben nichtchemischen Methoden, wie Inertgas- oder Dampfstrippung, stehen unterschiedlichste chemische Methoden, wie beispielsweise in EP-B 003 957, EP-B 028 348, EP-B 563 726, EP-A 764 699, US-A 4 529 753, DE-A 37 18 520, DE-A 42 32 194, DE-A 195 29 599 beschrieben, zur Absenkung von Restmonomerengehalten wässriger Polymerdispersionen zur Verfügung.

25

Beispielsweise wird in der DE-A 38 34 734 u. a. die Restmonomerenentfernung mittels eines eisen- und vanadiumsalzhaltigen Redoxinitiatorsystems offenbart. Als Oxidationsmittel werden Acylperoxide, Hydroperoxide sowie Sauerstoff abgebendé Mittel ohne Peroxidstruktur und als Reduktionsmittel Sulfinsäuren sowie reduzierende Zucker genannt.

Für den Einsatz von Carbonylverbindungen bzw. deren Umsetzungsprodukten in der Nachbehandlung von wässrigen Polymerdispersionen muss von folgendem Stand der Technik ausgegangen werden.

Gemäß WO 95/33775 können zur Nachbehandlung von wässrigen Polymerdispersionen Redoxsysteme eingesetzt werden, deren Reduktionsmittel ein Addukt aus Hydrogensulfitanion und einem Keton mit 3 bis 8 C-Atomen und/oder die konjugierte Säure dieses Addukts umfasst. Die Nachbehandlung wird in Anwesenheit von im wässrigen Medium löslichen Metallverbindungen vorgenommen.









a

Die EP-A 767 180 empfiehlt für die Reduktion von Restmonomerengehalten ein Redux-Initiatorsystem aus organischen Hydroperoxiden, die nicht oder nur sehr schlecht in Wasser löslich sind und u.a. Addukten aus Aldeyhyden mit einer C-Kette mit 4 bis 6 C-Atomen und Bisulfiten.

5

10

15

20

25

11

Patentansprüche

- Verfahren zur Reduzierung der Restmonomerenmenge in wässrigen Polymerdispersionen durch Nachbehandlung mit einem Initiatorsystem, dadurch gekennzeichnet, dass man die Nachbehandlung der wässrigen Polymerdispersion unter Zugabe eines Initiatorensystems durchführt, das im wesentlichen
 - a) 0,001 bis 5 Gew.-%, bezogen auf die zur Herstellung der Polymerdispersion verwendeten Gesamtmonomerenmenge eines anorganischen Salzes der Perschwefelsäure,
 - 0,005 bis 5 Gew.-%, bezogen auf die zur Herstellung der Polymerdispersion verwendeten Gesamtmonomerenmenge eines Methylketons der allgemeinen Formel

R1-C(=0)-CH3

worin R¹ eine Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, iso-Propyl-, n-Butyl- oder tert.-Butylgruppe ist, und

 optional katalytische Mengen eines Metallions, das in mehreren Wertigkeitsstufen auftreten kann

umfaßt.

- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das anorganische Salz der Perschwefelsäure ein Natrium-, Kalium und/oder Ammoniumsalz ist.
- 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass man das anorganische Salz der Perschwefelsäure und das Methylketon der wässrigen Polymerdispersion während der Nachbehandlung gleichzeitig über separate Zuläufe zuführt.
- Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass man die Hauptmenge der Metallionen der wässrigen Polymerdispersion in der Nachbehandlung vor dem anorganischen Salz der Perschwefelsäure und dem Methylketon zusetzt.
- Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die
 Gesamtmenge der Metallionen 1 bis 1000 ppm beträgt.



5



12.

- 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass als Metallionen Eisen-, Kupfer-, Mangan-, Vanadin-, Nickel-, Cobalt-, Titan- Cer-, Chrom- und/oder Silberionen eingesetzt werden.
- 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Nachbehandlung in Anwesenheit von Komplexiermitteln durchgeführt wird.
- Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass der
 pH-Wert der Polymerdispersion während der Nachbehandlung ≥ 2 und ≤ 10 ist.

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

| Defects in the images include but are not limited to the items checked: | |
|---|--|
| D BLACK BORDERS | |
| MAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES | |
| ☐ FADED TEXT OR DRAWING | |
| ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING | |
| ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES | |
| COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS | |
| GRAY SCALE DOCUMENTS | |
| ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT | |
| ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY | |
| | |

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.